



**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES – DETERMINACIÓN DE SILICIO
EN ALEACIONES DE ALUMINIO – MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-W-075-1971)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - SILICON DETERMINATION IN
ALUMINIUM ALLOYS - TEST METHOD**

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece dos métodos para la determinación de silicio en aleaciones de aluminio.

1.1 Método A

Se utiliza cuando se tienen concentraciones de silicio menores de 0,25 %.

1.2 Método B

Se utiliza cuando se tienen concentraciones de silicio mayores de 0,25 %.

2 APARATOS Y EQUIPO

- Cápsula de porcelana;
- Vaso de cobre;
- Crisol de porcelana;
- Crisol de platino de 20 ml;

- Vidrio de reloj de 12 cm de diámetro;
- Embudo de filtración rápida;
- Papel filtro (porosidad media);
- Papel tornasol;
- Vaso de precipitados de 250 ml;
- Vaso de precipitados de 400 ml, y
- Material común de laboratorio.

3 MATERIALES Y REACTIVOS

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser reactivos analíticos, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, se debe entender agua destilada.

- Mezcla ácida Núm. 1.

Se colocan en un matraz de 1 000 ml, 350 ml de agua y se mezclan con 250 ml de solución de ácido sulfúrico 1:1, 200 ml de ácido nítrico concentrado y 200 ml de ácido clorhídrico concentrado.

- Solución de ácido clorhídrico 1 N;
- Solución saturada de ácido sulfhídrico;
- Solución de ácido nítrico 3 N;
- Solución de ácido perclórico al 70 %;
- Solución de agua oxigenada al 3 %;
- Solución de ácido sulfúrico 9 N;
- Solución de hidróxido de sodio al 30 %;
- Solución de ácido sulfúrico 1:10, y
- Solución de acetato de amonio.

Se pesan 300 g de acetato de amonio, se colocan en un matraz volumétrico de 1 000 ml y se afora.

- Solución lavadora de acetato de amonio.

Se toman 25 ml de solución de acetato de amonio, se colocan en un vaso de precipitados de 200 ml, se agregan 100 ml de agua caliente y se añade rojo de metilo suficiente para que de reacción ácida con el ácido acético.

4 PROCEDIMIENTO

4.1 Método A

4.1.1 Se pesa 1,000 g de la muestra por analizar, se coloca en una cápsula de porcelana y se cubre con vidrio de reloj.

4.1.2 Se agregan 30 ml de la mezcla ácida Núm. 1 y se disuelve la muestra.

Se calienta a ebullición hasta la aparición de humos blancos y se deja enfriar.

4.1.3 Se añaden 10 ml de solución de ácido sulfúrico 9 N y 75 ml de agua caliente. Se calienta a ebullición hasta disolución de las sales y en caso de turbiedad se agregan 3 gotas de solución de agua oxigenada al 3 %.

4.1.4 Se pasa una corriente de ácido sulfhídrico hasta la total precipitación, y se filtra la solución a través de papel filtro (véase inciso 6.1.1). Se lava con pequeñas porciones de agua caliente (véase inciso 6.1.2).

4.1.5 Se agregan sobre el filtro 10 ml de solución de ácido nítrico 9 N, el residuo se lava con pequeñas porciones de agua caliente, hasta eliminar la acidez (papel tornasol).

4.1.6 El filtro y su contenido se colocan en un crisol de porcelana y se calcinan una temperatura de $1\ 000^{\circ}\text{C} + 505^{\circ}\text{C}$ hasta peso constante. Se sacan de la mufia, se colocan en un desecador y se pesan.

4.2 Método B

4.2.1 Se pesan 0,500 g de la muestra por analizar, se colocan en un vaso de cobre de 125 ml y se añaden 3 g de hidróxido de sodio.

4.2.2 Se agregan 2 ml de agua y se tapa el vaso. Cuando la reacción ha cesado, se añaden 12 ml de agua, y se calienta a una temperatura de $100^{\circ}\text{C} \pm 205^{\circ}\text{C}$ hasta sequedad.

- 4.2.3 Se deja enfriar, se añaden cuidadosamente 10 ml de solución de agua oxigenada al 3 %, se mezcla y se evapora. Se agregan 15 ml de agua y se agita hasta que el residuo se disuelva. Se deja enfriar.
- 4.2.4 Se transfiere la mezcla a un vaso de precipitados de 400 ml y se lava el vaso de cobre con 7 ml de solución de ácido clorhídrico 1 N y enseguida con pequeñas porciones de agua caliente; los lavados se vierten al vaso de precipitados.
- 4.2.5 Se añaden 5 gotas de solución de ácido nítrico 3 N y 17 ml de solución de ácido perclórico (véase inciso 6.1.3). Se calienta a ebullición hasta la aparición de humos blancos y se cubre con un vidrio de reloj; se calienta durante 15 min más.
- 4.2.6 Se deja enfriar y se agregan 70 ml de solución de ácido clorhídrico 1 N caliente y se agita.
- 4.2.7 Se filtra la solución rápidamente a través de papel filtro (véase inciso 6.1.1) y se lava cuidadosamente con agua caliente y con 15 ml de solución de ácido sulfúrico 1:10 que contengan 5 ml de solución de agua oxigenada al 3 %, procurando que el papel quede totalmente húmedo. Finalmente se lava con pequeñas porciones de agua caliente hasta la eliminación de las sales solubles.
- 4.2.8 Se coloca el papel filtro con su contenido en un crisol de porcelana (véase inciso 6.1.4), y se calcina a una temperatura de $1\ 000^{\circ}\text{C} \pm 505^{\circ}\text{C}$ hasta peso constante. Se saca de la mufla el crisol, se coloca en un desecador y se pesa el residuo.

5 CÁLCULOS Y RESULTADOS

La cantidad de silicio en tanto por ciento, se calcula con la siguiente fórmula:

$$\% = \frac{G1 \times 45,72\text{Si}}{G}$$

donde:

- G1 son los gramos de residuo obtenidos, y
 G son los gramos de muestra.

6 APÉNDICE NORMATIVO

6.1 Observaciones

- 6.1.1 Se recomienda usar papel filtro Núm. 40.
- 6.1.2 En caso de encontrarse plomo en la solución, el lavado se hace con una solución lavadora de acetato de amonio y agua caliente.
- 6.1.3 Cuando se encuentra estaño en la muestra, se substituye el ácido nítrico por ácido bromhídrico y gotas de solución de agua oxigenada.
- 6.1.4 La muestra se debe evaporar cuantas veces sea necesario hasta la ausencia total de sílice.
- 6.1.5 La sílice calcinada debe estar blanca, en caso contrario debe hacerse un nuevo análisis siguiendo el método con el ácido perclórico.
- 6.1.6 Cuando la muestra contenga cantidades apreciables de plomo, cobre, antimonio o estaño, se recomienda consultar el método "Standard" Núm. 101 de "Aluminium Laboratoried Limited".

7 BIBLOGRAFÍA

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.
- NMX-W-075-1971 Método de prueba para la determinación de silicio en aleaciones de aluminio. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de septiembre de 1971.

NMX-Z-013-1977

Guía para la estructuración, presentación y redacción de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.

8 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

México D. F., a

MIGUEL AGUILAR ROMO.
DIRECTOR GENERAL.

NMX-W-075-SCFI-2003

**ALUMINIO Y SUS ALEACIONES – DETERMINACIÓN DE SILICIO
EN ALEACIONES DE ALUMINIO – MÉTODO DE PRUEBA
(CANCELA A LA NMX-W-075-1971)**

**ALUMINIUM AND ITS ALLOYS - SILICON DETERMINATION IN
ALUMINIUM ALLOYS - TEST METHOD**

PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ALCOMEX, S.A.
- ALMEXA ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO Y DERIVADOS DE VERACRUZ, S.A. DE C.V.
- ALUMEX, S.A. DE C.V.
- ALUMINIO EXTRUIDO EXTRAL, S.A. DE C.V.
- ALUQUÍMICOS, S.A. DE C.V.
- ASOCIACIÓN DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN, A.C. (ANCE)
- ANODIZADO INDUSTRIAL Y ARTÍSTICO, S.A. DE C.V.
- CINVESTAV DE QUERÉTARO
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DEL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES
- CUPRUM, S.A. DE C.V.
- INDALUM, S.A. DE C.V.
- INSTITUTO MEXICANO DEL ALUMINIO, A.C.
- INDUSTRIA MEXICANA DEL ALUMINIO, S.A. DE C.V.
- INDUSTRIAL SANTA CLARA, S.A. DE C.V.